
NORMA CUBANA

NC

ISO 5517: 2010
(Publicada por la ISO en 1978)

**FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS DERIVADOS —
DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIERRO — MÉTODO
FOTOMÉTRICO DE LA 1,10-FENANTROLINA
(ISO 5517: 1978, IDT)**

Fruits, vegetables and derived products — Determination of iron content — 1,
10-Phenanthroline photometric method

ICS: 67.080.01

2. Edición Septiembre 2010
REPRODUCCIÓN PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La
Habana. Cuba. Teléfono: 830-0835 Fax: (537) 836-8048 Correo electrónico:
nc@ncnorma.cu; Sitio Web: www.nc.cubaindustria.cu



Cuban National Bureau of Standards

NC-ISO 5517: 2010

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC) es el Órgano Nacional de Normalización de la República de Cuba y representa al país ante las organizaciones internacionales y regionales de normalización.

La elaboración de las Normas Cubanas y otros documentos relacionados se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. Su aprobación es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en las evidencias del consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el Comité Técnico de Normalización NC/CTN 30 de Frutas y Hortalizas Elaboradas, integrado por las siguientes instituciones:
 - Unión de Conservas de Vegetales (UCV – MINAL)
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad (CNICA – MINAL)
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia (IIIA – MINAL)
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos (INHA – MINSAP)
 - Instituto Superior Politécnico José A. Echeverría (CUJAE – MES)
 - Ministerio de Comercio Interior (MINCIN)
 - Cadena de Tiendas TRD Caribe
 - Laboratorio CUBACONTROL S.A (MINCEX)
 - Comercializadora ITH (MINTUR)
 - ALIMPORT (MINCEX)
 - Grupo Empresarial Comercial Caracol S.A.
 - Corporación CIMEX
 - Empresas Industrias Alimentarias (Poder Popular)
 - Aduana General de la República de Cuba (AGR)
 - Instituto de Investigaciones en Normalización (ININ)
 - Oficina Nacional de Normalización (ONN)

- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la Norma Internacional ISO 5517 *Fruits, vegetables and derived products – Determination of iron content – 1,10-Phenanthroline photometric method*. Sustituye a la NC-ISO 5517:2008 Frutas, Vegetales y Productos Derivados. Determinación del Contenido de Hierro. Método Fotométrico de la 1, 10-Fenantrolina. En su adopción nacional se le ha añadido una nota aclaratoria con letra de menor tamaño en el apartado 6.7.

© NC, 2010

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada en alguna forma o por medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias, fotografías y microfilmes, sin el permiso escrito previo de:

Oficina Nacional de Normalización (NC)

Calle E No. 261, Vedado, Ciudad de La Habana, Habana 4, Cuba.

Impreso en Cuba

FRUTAS, VEGETALES Y PRODUCTOS DERIVADOS — DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HIERRO — MÉTODO FOTOMÉTRICO DE LA 1,10-FENANTROLINA

1 Objeto y campo de aplicación

Esta Norma Cubana establece un método fotométrico de la 1,10-fenantrolina para la determinación del contenido de hierro de frutas, vegetales y productos derivados.

2 Referencia

Las normas que a continuación se relacionan contienen disposiciones válidas para esta norma.. Toda norma está sujeta a revisión por lo que las partes que se basen sus acuerdos en esta norma internacional deben estudiar la posibilidad de aplicar la edición más reciente de las normas indicadas a continuación.

NC-ISO 5515 Frutas, vegetales y productos derivados – Descomposición de la materia orgánica antes de su análisis – Método húmedo.

NC-ISO 5516 Frutas, vegetales y productos derivados – Descomposición de la materia orgánica antes de su análisis – Método de la incineración.

3 Principio

La descomposición de la materia orgánica, seguida de la reducción del hierro trivalente por el cloruro de hidroxilamonio. La formación, en un medio estandarizado, del complejo estable hierro (II) / 1,10-fenantrolina. La medida fotométrica del complejo coloreado rojo a una longitud de onda de 508 nm.

4 Reactivos

Todos los reactivos usados deberán ser de calidad analítica reconocida. El agua usada deberá ser destilada o, al menos, de pureza equivalente.

4.1 Ácido sulfúrico: ρ_{20} 1,84 g/mL.

4.2 Ácido nítrico: ρ_{20} 1,32 g/mL.

4.3 Ácido clorhídrico: ρ_{20} 1,18 g/mL.

4.4 Cloruro de hidroxilamonio: (NH₂OH.HCl), solución 200 g/L.

4.5 Soluciones buffer

4.5.1 Acetato de sodio trihidrato: (NaCH₃CO₂.3H₂O), solución 450 g/L.

4.5.2 Acetato de sodio trihidrato: (NaCH₃CO₂.3H₂O), solución 272 g/L (2M).

4.6 1,10-Fenantrolina: solución 10 g/L.

Disolver 1 g de 1,10-fenantrolina en 80 mL de agua a 80 °C y un volumen mínimo de ácido clorhídrico (4.3) diluido con igual volumen de agua, en un frasco volumétrico de un aforo de 100 mL.

Después enfriar, diluir hasta el aforo y agitar.

Esta solución, almacenada en un lugar frío y protegida de la luz, es estable por varias semanas.

NOTA – En lugar de la 1,10-fenantrolina, pudiera usarse la cantidad correspondiente de hidrocloreuro de fenantrolina el cual es soluble en agua fría.

4.7 Hierro: solución estándar de 0,020 g/L, preparada de acuerdo a uno de los procedimientos siguientes:

- a) Pesar, con precisión de 0,001 g, 7,024 g de amonio hierro (II) sulfato hexahidrato $[(\text{NH}_4)_2 \text{Fe} (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$. Disolver en agua y adicionar 2 gotas del ácido clorhídrico (4.3). Transferir cuantitativamente a un frasco volumétrico de un aforo de 500 mL, diluir hasta el aforo con agua y agitar. Usando una pipeta, transferir 10 mL de esta solución a un frasco volumétrico de un aforo de 1 000 mL. Diluir hasta el aforo con agua y agitar.
- b) Pesar, con precisión de 0,001 g, 0,200 g de alambre de hierro de pureza analítica. Disolver en 200 mL de ácido clorhídrico (4.3) y adicionar 50 mL de agua. Transferir cuantitativamente a un frasco volumétrico de un aforo de 1 000 mL, diluir hasta el aforo y agitar. Usando una pipeta, transferir 50 mL de esta solución a un frasco volumétrico de un aforo de 500 mL. Diluir hasta el aforo con agua y agitar.

4.8 Acetato de magnesio $[\text{Mg}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2]$, solución 150 g/L.

5 Aparatos

Los aparatos de laboratorio ordinarios y

5.1 Frasco Kjeldahl: de 250 o 300 mL de capacidad.

5.2 Pipetas: de 5, 10 y 20 mL de capacidad, que cumplan con la clase A de la ISO 648¹.

5.3 Buretas: de 50 mL de capacidad, graduadas en 0.1 mL, que cumpla con la clase A de la ISO / R 385¹.

5.4 Frascos volumétricos de un aforo: de 50 y 100 mL de capacidad que cumplan con la clase A de la ISO 1042¹.

5.5 Vaso de precipitado: de 50 mL de capacidad.

5.6 Espectrofotómetro o colorímetro fotoeléctrico: adecuado para mediciones a una longitud de onda de 508 nm.

5.7 Balanza analítica

¹ Incluidas en el Programa de Normalización de la ONN

5.8 pH metro

6 Procedimiento

6.1 Preparación de la muestra de ensayo y de la porción de ensayo

De acuerdo con el método de descomposición escogido, ver la NC ISO 5515 o la NC-ISO 5516 (6.2). Tomar como la porción de ensayo alrededor de 10 g de la muestra de ensayo, pesada con exactitud de 0.001 g, o tomar 10 mL de la muestra de ensayo usando una pipeta (5.2).

6.2 Descomposición

Proceder de acuerdo a la NC ISO 5515 o a la NC ISO 5516, diluyendo la solución de ensayo hasta 100 mL. (Notar que si la descomposición se efectúa de acuerdo a la NC ISO 5516, la disolución de la ceniza se efectuará después de humedecerla con 5 mL de ácido sulfúrico en vez de con 1 mL).

6.3 Ensayo preliminar

Efectuar un ensayo preliminar para determinar el volumen de la solución estándar (4.5.1) a ser adicionado. De acuerdo con el contenido de hierro que se espere, tomar, usando una pipeta (5.2), un volumen V_1 mL (5, 10 o 20 mL) de la solución de ensayo obtenida en 6.2.

Transferir a un vaso de precipitado de 50 mL (5.5), si es necesario completar el volumen hasta 20 mL con agua, y entonces adicionar 5 mL de solución de cloruro de hidroxilamonio (4.4).

Transferir al beaker el volumen de la solución buffer (4.5.1) requerido para obtener una lectura en el pH metro (5.8) entre 3,5 y 4,5. Entonces X mL será el volumen de la solución buffer adicionado.

6.4 Determinación

De acuerdo con el contenido de hierro esperado, tomar un volumen V_1 mL (ver 6.3) de la solución de ensayo obtenida en 6.2 y transferir a un frasco volumétrico de un aforo de 50 mL (5.4). Si es necesario, completar el volumen hasta 20 mL con agua.

Adicionar 5 mL de solución de cloruro de hidroxilamonio (4.4) y X mL (ver 6.3) de la solución buffer (4.5.1) con el fin de obtener un pH entre 3,5 y 4,5*.

Adicionar 2 mL de solución de 1,10-fenantrolina (4.6), diluir hasta el aforo con agua y agitar. Seguidamente mantenerla en reposo por 5 min.

Medir la absorbancia usando el espectrofotómetro o el colorímetro fotoeléctrico (5.6) a una longitud de onda de 508 nm. Si la coloración es demasiado intensa, comenzar otra vez, tomando un volumen más pequeño V_1 o, si no es posible, una porción de ensayo más pequeña.

* Aunque la coloración se desarrolle a un pH entre 2 y 8, su intensidad es constante solamente entre pH 3,5 y 4,5.

6.5 Cantidad de determinaciones

Efectuar dos determinaciones de una misma muestra de ensayo (6.1).

6.6 Ensayo en blanco

Efectuar un ensayo en blanco, siguiendo el mismo procedimiento y usando las mismas cantidades de todos los reactivos que se han usado para la determinación pero omitiendo la porción de ensayo.

6.7 Preparación de la curva de calibración

En una serie de siete frascos volumétricos de un aforo de 100 mL (5.4), introducir respectivamente 0 – 5 – 10 – 20 – 30 – 40 y 50 mL de solución estándar de hierro (4.7) y 2 mL de ácido clorhídrico (4.3). Diluir hasta el aforo y mezclar. Entonces en una serie de siete frascos volumétricos de un aforo de 50 mL (5.4), introducir 20 mL de cada una de las soluciones precedentes, correspondiendo respectivamente a 0 – 20 – 40 – 80 – 120 – 160 y 200 µg de hierro. Adicionar 5 mL de la solución de cloruro de hidroxilamonio (4.4). Agitar. Adicionar 3,5 mL de la solución buffer (4.5.2). Agitar. Adicionar 2 mL de la solución de 1,10-fenantrolina (4.6). Diluir hasta el aforo y mezclar. Seguidamente mantenerla en reposo por 5 min. Agitar.

Medir la absorbancia usando el espectrofotómetro o colorímetro fotoeléctrico (5.6) a una longitud de onda de 508 nm. Restar del valor encontrado la absorbancia correspondiente al ensayo en blanco (6.6). Plotear la curva de calibración mostrando el número de microgramos de hierro como una función de la absorbancia.

NOTA – El gráfico de calibración puede ser realizado en equipos de tecnología moderna con software para el procesamiento de la información por computación.

7 Expresión de los resultados

7.1 Método de cálculo y fórmula

7.1.1 Porción de ensayo tomada por pipeteo

El contenido de hierro, expresado en miligramos por litro de producto está dado por la fórmula

$$\frac{m_1}{1000} \times \frac{100}{V_1} \times \frac{1000}{V_0} = \frac{m_1 \times 100}{V_1 \times V_0}$$

Donde:

m_1 es la masa, en microgramos, del hierro leída en la curva de calibración (6.7);

V_0 es el volumen, en mililitros, de la porción de ensayo (6.1);

V_1 es el volumen, en mililitros, de la porción final tomada para la determinación (6.4).

7.1.2 Porción de ensayo tomada por pesada

El contenido de hierro, expresado en miligramos por kilogramo de producto, está dado por la fórmula:

$$\frac{m_1}{1000} \times \frac{100}{V_1} \times \frac{1000}{V_0} = \frac{m_1 \times 100}{V_1 \times m_0}$$

Donde:

m_0 es la masa, en gramos, de la porción de ensayo (6.1);

m_1 es la masa, en microgramos, del hierro leído en la curva de calibración (6.7);

V_1 es el volumen, en mililitros, de la porción final tomada para la determinación (6.4).

7.2 Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista sobre la misma muestra de ensayo, no deberá exceder de ± 3 % del valor medio.

8 Informe de ensayo

El informe de ensayo deberá indicar el método usado y los resultados obtenidos. También deberá mencionar todas las condiciones de operación no especificadas en esta Norma Cubana, o consideradas como opcionales, así como también de cualquier otra circunstancia la cual pudiera haber influenciado sobre los resultados.

El informe deberá dar los detalles requeridos para la identificación completa de la muestra.